

5

L12 ANSWER 1 OF 1 JAPIO COPYRIGHT 2000 JPO

AN 1989-067904 JAPIO

TI MANUFACTURE OF SOLID ELECTROLYTIC CAPACITOR

IN KURIHARA KANAME; TAKAKU YUKIYA

PA ELNA CO LTD, JP (CO 000186)

PI JP 01067904 A 19890314 Heisei

AI JP1987-224723 (JP62224723 Heisei) 19870908

SO PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Unexamined Applications, Section: E, Sect. No. 779, Vol. 13, No. 28, P. 138 (19890627)

IC ICM (4) H01G009-05

ICS (4) H01G009-24

AB PURPOSE: To allow the amount of scatter in thermal decomposition temperatures to disappear and form uniform solid electrolytes, by forming thermal decomposition of manganese nitrate in the inactive vapor phase of fluorine system at a process where a manganese dioxide layer is formed. CONSTITUTION: A sintered body is formed by using powder tantalum and the sintered body is immersed in formation liquid and a voltage is applied to form an oxide film. Then, after immersing its body in the water solution of 20% manganese nitrate, it is decomposed in the inactive vapor phase of fluorine system at a temperature of 260.degree.C to form a manganese dioxide layer. Subsequently, after immersing in the water solution of 40% manganese nitrate, it is again decomposed in the inactive vapor phase at a temp. of 260.degree.C and then, after immersing in the water solution of 70% manganese nitrate, it is further decomposed in the inactive vapor phase at a temp. of 260.degree.C to form the manganese dioxide layer.

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭64-67904

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>H 01 G 9/05  
9/24

識別記号

庁内整理番号

G-7924-5E  
C-7924-5E

④ 公開 昭和64年(1989)3月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑬ 発明の名称 固体電解コンデンサの製造方法

⑭ 特 願 昭62-224723

⑮ 出 願 昭62(1987)9月8日

⑯ 発 明 者 栗 原 要 神奈川県藤沢市辻堂新町2丁目2番1号 エルナー株式会社内

⑰ 発 明 者 高 久 侑 也 神奈川県藤沢市辻堂新町2丁目2番1号 エルナー株式会社内

⑱ 出 願 人 エルナー株式会社 神奈川県藤沢市辻堂新町2丁目2番1号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

固体電解コンデンサの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 弁作用金属粉末の焼結体の表面に形成された酸化皮膜上に硝酸マンガンの複数回の熱分解により二酸化マンガンを形成する工程において、フッ素系不活性液中またはその蒸気相中で熱分解することを特徴とした固体電解コンデンサの製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は弁作用金属粉末の焼結体からなる固体電解コンデンサの製造方法、さらに詳しくは二酸化マンガンの形成方法に関するものである。

## 〔従来の技術〕

タンタル、ニオブ、アルミニウムなどの弁作用金属粉末の焼結体からなる固体電解コンデンサにおいては、先ず焼結体の表面を化成することによって酸化皮膜を形成する。次に、これを硝酸マン

ガン水溶液中に浸漬した後に、熱分解させて半導体膜である二酸化マンガンを形成する。この熱分解は通常数回行なわれるが、この熱分解の際に酸化皮膜が破壊されるので、この修復を目的として、次の熱分解の間および最後の熱分解の後に再化成が行なわれる。

このような二酸化マンガンの形成において、従来は硝酸マンガンの水溶液の濃度を次第に濃くして熱分解している。例えば、20%硝酸マンガンの水溶液中に焼結体を浸透し、熱分解し、これを4回程繰返し、次に40%硝酸マンガンの水溶液中に焼結体を浸透し、熱分解し、これを3回程繰返し、さらに70%硝酸マンガンの水溶液中に焼結体を浸透し、熱分解し、これを5回程繰返している。熱分解の雰囲気は約200～300℃のステーム下である。

## 〔発明が解決しようとする問題点〕

高温(200～300℃)のステーム下における硝酸マンガンの熱分解によると、緻密な二酸化マンガンを得ることができるので好ましいもの

である。しかし、その反面、熱風循環式の炉内で一度に多量の製造を行なうので、炉内の風量および風向によって炉内温度のバラツキを生じ、固体電解質（二酸化マンガング層）の均質の生成ができない。その結果、電気的な諸特性にも悪影響を及ぼし、均等な特性を有する固体電解コンデンサを製造することが困難なものであった。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

しかるに、本発明は上述した問題点を解決するために、硝酸マンガンの熱分解をフッ素系不活性液中またはその蒸気相中に行なうようにしたものである。

フッ素系不活性液としては、例えばイタリア国モンテフルオス社のガルデン（商品名）あるいはフロンブリン（商品名）、米国スリーエム社のフロリナート（商品名）または旭硝子社のアフルード（商品名）などのパーフルオロポリエーテル、パーフルオロアルキルアミン、パーフルオロエーテルなどである。特に、ガルデンのVPS（ペーパーフェイズソルダリング）グレード品

さらに3回繰返した。引続き、40%硝酸マンガン水溶液中に浸漬した後に、260℃のフッ素系不活性蒸気相中にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これをさらに2回繰返した。次いで、70%硝酸マンガン水溶液中に浸漬した後に、260℃の不活性蒸気相中にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これをさらに4回繰返した。これら熱分解工程において、各熱分解終了毎に1,1,2-トリフルオール-1,2,2-トリクロロエタン、例えばフロンスルブ（商品名）AESで洗浄し、フッ素系不活性液の残渣を除去した。また、再化成処理は適宜に行なった。総合的な二酸化マンガング層の形成の後、陰極層を形成し、陰極線付け、外装樹脂の形成を行なって定格35V・0.22μFの固体電解コンデンサを作成した。

#### 比較例

タンタル粉末により直径1mm、高さ1mmの焼結体を形成し、この焼結体を化成液中に浸漬し、電圧を印加して酸化皮膜を形成した。なお、

HS/260は、平均分子量800、蒸留温度範囲250～270℃、沸点260±5℃、20℃での熱伝導度0.0007 Watt/cm℃などの特性を有するものである。

#### 〔作用〕

このような熱分解によると、熱分解温度のバラツキがなくなり、均質な固体電解質の生成が可能となる。

#### 〔実施例〕

以下に、本発明に係る固体電解コンデンサの製造方法の一実施例を比較例と対比して説明する。

#### 実施例

タンタル粉末により直径1mm、高さ1mmの焼結体を形成し、この焼結体を化成液中に浸漬し、電圧を印加して酸化皮膜を形成した。なお、焼結体からはタンタルの陽極線が引出されている。

次に、20%硝酸マンガン水溶液中に浸漬した後に、260℃のフッ素系不活性蒸気相中にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これを

焼結体からはタンタルの陽極線が引出されている。

次に、20%硝酸マンガン水溶液中に浸漬した後に、260℃のスチーム下にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これをさらに3回繰返した。引続き、40%硝酸マンガン水溶液中に浸漬した後に、260℃のスチーム下にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これをさらに2回繰返した。次いで、70%硝酸マンガン水溶液中に260℃のスチーム下にて熱分解させ、二酸化マンガング層を形成した。これをさらに4回繰返した。これら熱分解工程において、再化成処理は適宜に行なった。総合的な二酸化マンガング層の形成の後、陰極層を形成し、陰極線付け、外装樹脂の形成を行なって定格35V・0.22μFの固体電解コンデンサを作成した。

第1表に本発明の実施例および比較例の漏れ電流特性を示す。

第1表 漏れ電流特性

	漏れ電流 ( $\mu A$ )
実施例	0.002
比較例	0.01

(n = 10 の平均値)

## 〔効果〕

第1表からも分かるように、本発明に係る製造方法によると、漏れ電流値の低い固体電解コンデンサを提供することができる。

特許出願人 エルナー株式会社